(19)日本国特許庁(JP)

# (12) 公開特許公報(A)

(11)特許出顧公開番号 特開2000-86427 (P2000-86427A)

(43)公開日 平成12年3月28日(2000.3.28)

(51) Int.Cl.7 A61K 7/00 識別記号

FΙ A61K 7/00 テーマコート\*(参考)

J 4C083

# 審査請求 未請求 請求項の数4 FD (全 11 頁)

(21)出願番号

(22)出願日

特願平10-279343

平成10年9月14日(1998.9.14)

(71)出願人 000145862

株式会社コーセー

東京都中央区日本橋3丁目6番2号

(72)発明者 宮川 さつき

東京都北区栄町48番18号 株式会社コーセ

一研究本部内

(72) 発明者 橘 清美

東京都北区栄町48番18号 株式会社コーセ

一研究本部内

最終頁に続く

#### (54) 【発明の名称】 化粧料

# (57)【要約】

【課題】なめらかでのび広がりに優れ、さっぱりした使 用感とともにさらさら感が持続し、化粧持ち、化粧持続 性に侵れ、しかも、使用性に優れた化粧料を提供する。

【解決手段】次の成分(A)及び(B)

- (A) 異種のオルガノポリシロキサンからなる複合粉体
- (B) 部分架橋型オルガノポリシロキサン重合物 を含有することを特徴とする化粧料。

#### 【特許請求の範囲】

【請求項1】次の成分(A)及び(B)

- (A) 異種のオルガノポリシロキサンからなる複合粉体
- (B) 部分架橋型オルガノポリシロキサン重合物 を含有することを特徴とする化粧料。

【請求項2】成分(A)の複合粉体が、(a)ビニル基含有オルガノポリシロキサンと(b)オルガノハイドロジェンポリシロキサンとを含む油系の水中油型乳化物に触媒を加えて反応させ、球状微粒子の水分散液とした後、その水分散液にアルカリ性物質またはアルカリ性水溶液とオルガノトリアルコキシシランを添加し、オルガノトリアルコキシシランを加水分解、縮合反応させた後、乾燥させて得られる複合粉体であることを特徴とする請求項1記載の化粧料。

【請求項3】前記球状微粒子分散液の球状微粒子の平均 粒径が、 $0.1\sim100\mu$ mであることを特徴とする請 求項 $1\sim2$ のいずれかに記載の化粧料。

【請求項4】成分(A)の複合粉体の配合量が0.01~30重量%、成分(B)の部分架橋型オルガノポリシロキサン重合物の配合量が0.1~30重量%であることを特徴とする、請求項1~3のいずれかに記載の化粧料。

# 【発明の詳細な説明】

#### [0001]

【発明の属する技術分野】本発明は、異種のオルガノボリシロキサンからなる複合粉体と部分架橋型オルガノボリシロキサン重合物とを含有することにより、なめらかでのび広がりに優れ、さっぱりした使用感とともにさらさら感が持続し、化粧持ち、化粧持続性に優れ、しかも、使用性に優れた化粧料に関するものである。

#### [0002]

【従来の技術】近年、化粧料においては、さっぱりとしてべたつきが少なく、また経時での化粧持ちを向上させるために、油剤としてシリコーン油が多く使用されている。しかしながら、シリコーン油は他の化粧品油剤と相溶性が悪く、また流動特性として降伏値を持たないため、顔料などの比重差のある物質を配合することが困難であるという問題があった。そこで、部分架橋型オルガノポリシロキサン重合物とシリコーン油を混和することにより、ソフトで安定性に優れたゲル組成物が得られ、これを配合することにより安定性及び使用性が向上することが提案されている(特開平1-190757号、特開平1-250306号公報等)。

### [0003]

【発明が解決しようとする課題】しかしながら、安定性を向上する目的や、さっぱり感や化粧持続性を向上させるために、部分架橋型オルガノボリシロキサン重合物を多くに配合すると、ソフトな感触が失われ、のび広がりが悪くなり、使用感を完全に満足させるものではなかった。一方、使用性を向上するために、ボリオルガノシル

セスキオキサン樹脂の微粒子や、ゴム弾性を有するシリ コーンゴム粉粒状物等のシリコーン微粒子を化粧料に配 合することが提案されている(特開平1-268615 号公報、特公平7-053646号公報等)。しかしな がら、前者のポリオルガノシルセスキオキサン樹脂の微 粒子を配合した化粧料は、ポリオルガノシルセスキオキ サン微粒子粉体の硬度が高いため、さらっとしてはいる ものの、硬い感触の違和感を与えるものであった。ま た、後者のゴム弾性を有する微粒子は、前者のような欠 点は大幅に解消されているが、流動性が乏しいため取り 扱いし難く、凝集性が強いため、各種基材への均一分散 が困難で基材との相溶性も悪い等、化粧料に配合するに はかなりの制限があった。したがって、良好な使用感、 使用性、経時安定性に優れると共に、化粧持ち、化粧持 続性の点でも満足のいく化粧料の開発が望まれていた。 [0004]

【課題を解決するための手段】本発明者らは、上記課題を解決するために鋭意研究を行なった結果、化粧料において、異種のオルガノボリシロキサンからなる複合粉体と部分架橋型オルガノボリシロキサン重合物を含有することにより、なめらかでのび広がりに優れ、さっぱりした使用感とともにさらさら感が持続し、化粧持ち、化粧持続性に優れ、しかも、使用性に優れることを見出だし本発明を完成するに至った。

【0005】すなわち、本発明は、次の成分(A)及び(B)

- (A) 異種のオルガノポリシロキサンからなる複合粉体 (B) 部分架橋型オルガノポリシロキサン重合物
- を含有することを特徴とする化粧料である。以下、本発明について詳細に説明する。

# [0006]

【発明の実施の形態】本発明に使用される成分(A)の複合粉体は、(a)ビニル基含有オルガノボリシロキサン(b)オルガノハイドロジェンポリシロキサンとを含む油系の水中油型乳化物に触媒を加えて反応させ、球状微粒子の水分散液とした後、その水分散液にアルカリ性物質またはアルカリ性水溶液とオルガノトリアルコキシシランを添加し、オルガノトリアルコキシシランを添加し、オルガノトリアルコキシシランを添加し、オルガノトリアルコキシシランを加水分解、縮合反応させた後、乾燥させて得られる複合粉体である。前記球状微粒子分散液の球状微粒子の平均粒径は、使用感、使用性において0.1~100μmが好ましい。

【0007】本発明中の化粧料中、成分(A)の複合粉体の配合量は、効果の発現及び使用性において、0.01~30重量%(以下、単に「%」で示す。)が好ましく、更に好ましくは、0.05~20%である。また、更にこの複合粉体は必要に応じて一種、または二種以上用いることができる。

【0008】本発明で用いられる成分(B)の部分架橋型オルガノボリシロキサン重合物とは、ベンゼンに不溶

であるが、自重と同重量以上のベンゼンを含みうる三次元架橋構造を有するオルガノポリシロキサン重合物で、特公平8-6035号公報等に記載されているものが例示される。市販品としては、部分架橋型オルガノポリシロキサン重合物にシリコーン油を配合したものとして、例えば、KSG15、KSG16、KSG17、KSG18(いずれも信越化学工業社製)等が挙げられる。【0009】本発明中の化粧料における成分(B)の部分架橋型オルガノポリシロキサン重合物の配合量は、好ましくは0.1~30重量%、更に好ましくは0.5~20%の範囲で配合される。また、これらの部分架橋型オルガノポリシロキサン重合物は必要に応じて一種、または二種以上用いることができる。

【〇〇1〇】本発明の化粧料には、本発明の効果を妨げない範囲で通常の化粧料に使用される油剤、ゲル化剤、粉体、アルコール類、水溶性高分子、油溶性高分子、皮膜形成剤、樹脂、紫外線吸収剤、保湿剤、防腐剤、抗菌剤、香料、塩類、酸化防止剤、PH調整剤、キレート剤、清涼剤、抗炎症剤、美肌用成分(美白剤、細胞賦活剤、肌あれ改善剤、血行促進剤、皮膚収斂剤、抗脂漏剤等)、ビタミン類、アミノ酸類、核酸、ホルモン、包接化合物等を添加することができる。

【〇〇11】油剤としては、通常の化粧料に使用される ものであれば、固体、半固体、液状の油剤のいずれのも のも使用することができ、例えば、天然動植物油脂類、 及び半合成油脂としては、アボガド油、アマニ油、アー モンド油、イボタロウ、エノ油、オリーブ油、カカオ 脂、カポックロウ、カヤ油、カルナウバロウ、肝油、キ ャンデリラロウ、牛脂、牛脚脂、牛骨脂、硬化牛脂、キ ョウニン油、鯨ロウ、硬化油、小麦胚芽油、ゴマ油、コ メ胚芽油、コメヌカ油、サトウキビロウ、サザンカ油、 サフラワー油、シアバター、シナギリ油、シナモン油、 ジョジョバロウ、セラックロウ、タートル油、大豆油、 茶実油、ツバキ油、月見草油、トウモロコシ油、豚脂、 ナタネ油、日本キリ油、ヌカロウ、胚芽油、馬脂、パー シック油、パーム油、パーム核油、ヒマシ油、硬化ヒマ シ油、ヒマシ油脂肪酸メチルエステル、ヒマワリ油、ブ ドウ油、ベイベリーロウ、ホホバ油、マカデミアナッツ 油、ミツロウ、ミンク油、綿実油、綿ロウ、モクロウ、 モクロウ核油、モンタンロウ、ヤシ油、硬化ヤシ油、ト リヤシ油脂肪酸グリセライド、羊脂、落花生油、ラノリ ン、液状ラノリン、還元ラノリン、ラノリンアルコー ル、硬質ラノリン、酢酸ラノリン、ラノリン脂肪酸イソ プロピル、POEラノリンアルコールエーテル、POE ラノリンアルコールアセテート、ラノリン脂肪酸ポリエ チレングリコール、POE水素添加ラノリンアルコール エーテル、卵黄油等;炭化水素油として、オゾケライ ト、スクワラン、スクワレン、セレシン、パラフィン、 パラフィンワックス、流動パラフィン、プリスタン、ポ リイソブチレン、マイクロクリスタリンワックス、ワセ

リン等;高級脂肪酸としては、ラウリン酸、ミリスチン 酸、パルミチン酸、ステアリン酸、ベヘン酸、ウンデシ レン酸、オレイン酸、リノール酸、リノレン酸、アラキ ドン酸、エイコサペンタエン酸(EPA)、ドコサヘキ サエン酸 (DHA)、イソステアリン酸、12-ヒドロ キシステアリン酸等;高級アルコールとしては、ラウリ ルアルコール、ミリスチルアルコール、パルミチルアル コール、ステアリルアルコール、ベヘニルアルコール、 ヘキサデシルアルコール、オレイルアルコール、イソス テアリルアルコール、ヘキシルドデカノール、オクチル ドデカノール、セトステアリルアルコール、2-デシル テトラデシノール、コレステロール、フィトステロー ル、POEコレステロールエーテル、モノステアリルグ リセリンエーテル (バチルアルコール) 等; エステル油 としては、アジピン酸ジイソブチル、アジピン酸2-ヘ キシルデシル、アジピン酸ジー2-ヘプチルウンデシ ル、モノイソステアリン酸N-アルキルグリコール、イ ソステアリン酸イソセチル、トリイソステアリン酸トリ メチロールプロパン、ジー2-エチルヘキサン酸エチレ ングリコール、2-エチルヘキサン酸セチル、トリー2 -エチルヘキサン酸トリメチロールプロパン、テトラー 2-エチルヘキサン酸ペンタエリスリトール、オクタン 酸セチル、オクチルドデシルガムエステル、オレイン酸 オレイル、オレイン酸オクチルドデシル、オレイン酸デ シル、ジカプリン酸ネオペンチルグリコール、クエン酸 トリエチル、コハク酸2-エチルヘキシル、酢酸アミ ル、酢酸エチル、酢酸ブチル、ステアリン酸イソセチ ル、ステアリン酸プチル、セバシン酸ジイソプロピル、 セバシン酸ジー2-エチルヘキシル、乳酸セチル、乳酸 ミリスチル、パルミチン酸イソプロピル、パルミチン酸 2-エチルヘキシル、パルミチン酸2-ヘキシルデシ ル、パルミチン酸2-ヘプチルウンデシル、12-ヒド ロキシステアリル酸コレステリル、ジペンタエリスリト ール脂肪酸エステル、ミリスチン酸イソプロピル、ミリ スチン酸オクチルドデシル、ミリスチン酸2-ヘキシル デシル、ミリスチン酸ミリスチル、ジメチルオクタン酸 ヘキシルデシル、ラウリン酸エチル、ラウリン酸ヘキシ ル、N-ラウロイル-L-グルタミン酸-2-オクチル ドデシルエステル、リンゴ酸ジイソステアリル等;グリ セライド油としては、アセトグリセライド、トリイソオ クタン酸グリセライド、トリイソステアリン酸グリセラ イド、トリイソパルミチン酸グリセライド、トリー2-エチルヘキサン酸グリセライド、モノステアリン酸グリ セライド、ジー2ーヘプチルウンデカン酸グリセライ ド、トリミリスチン酸グリセライド等;シリコーン油と しては、ジメチルポリシロキサン、メチルフェニルポリ シロキサン、メチルハイドロジェンポリシロキサン、オ クタメチルシクロテトラシロキサン、デカメチルシクロ ペンタシロキサン、ドデカメチルシクロヘキサシロキサ ン、テトラメチルテトラハイドロジェンシクロテトラシ

ロキサン、ステアロキシリコーン等の高級アルコキシ変性シリコーン、高級脂肪酸変性シリコーン、シリコーン樹脂、シリコンゴム、シリコーンレジン等;フッ素系油剤としては、パーフルオロポリエーテル、パーフルオロデカリン、パーフルオロオクタン等が挙げられ、これらの油剤は必要に応じて一種、又は二種以上用いることができる。

(0012) ゲル化剤としては、アルミニウムステアレート、マグネシウムステアレート、ジンクミリステート等の金属セッケン、NーラウロイルーLーグルタミン酸、α、アージー nーブチルアミン等のアミノ酸誘導体、デキストリンパルミチン酸エステル、デキストリンステアリン酸エステル、デキストリン2ーエチルへキサン酸パルミチン酸エステル等のデキストリン脂肪酸エステル、ショ糖パルミチン酸エステル、ショ糖ステアリン酸エステル、ショ糖ステアリン酸エステル、ショ糖ステアリンドル、シャンシリデンソルビトール等のショ糖脂肪酸エステル、モノベンジリデンソルビトールのベンジリデン関係、ジメチルベンジルドデシルアンモニウムモンモリロナイトクレー、ジメチルジオクタデシルアンモニウムモンモリロナイトクレー、ジメチルジオクタデシルアンモニウムモンモリロナイトクレー等の有機変性粘土鉱物等から選ばれるゲル化剤で、必要に応じて一種、又は二種以上用いることができる。

【0013】アルコール類としては、エタノール、イソプロパノール等の低級アルコール、ソルビトール、マルトース等の糖アルコール等、ステロールとして、コレステロール、シトステロール、フィトステロール、ラノステロール等がある。

【0014】水溶性高分子としては、アラビアゴム、ト ラガカント、ガラクタン、キャロブガム、グアーガム、 カラヤガム、カラギーナン、ペクチン、寒天、クインス シード(マルメロ)、デンプン(コメ、トウモロコシ、 バレイショ、コムギ)、アルゲコロイド、トラントガ ム、ローカストビーンガム等の植物系高分子、キサンタ ンガム、デキストラン、サクシノグルカン、プルラン等 の微生物系高分子、コラーゲン、カゼイン、アルブミ ン、ゼラチン等の動物系高分子、カルボキシメチルデン プン、メチルヒドロキシプロピルデンプン等のデンプン 系高分子、メチルセルロース、エチルセルロース、メチ ルヒドロキシプロピルセルロース、カルボキシメチルセ ルロース、ヒドロキシメチルセルロース、ヒドロキシプ ロビルセルロース、ニトロセルロース、セルロース硫酸 ナトリウム、カルボキシメチルセルロースナトリウム、 結晶セルロース、セルロース末のセルロース系高分子、 アルギン酸ナトリウム、アルギン酸プロピレングリコー ルエステル等のアルギン酸系高分子、ポリビニルメチル エーテル、カルボキシビニルボリマー等のビニル系高分 子、ポリオキシエチレン系高分子、ポリオキシエチレン ポリオキシプロピレン共重合体系高分子、ポリアクリル 酸ナトリウム、ポリエチルアクリレート、ポリアクリル アミド等のアクリル系高分子、ポリエチレンイミン、カ チオンボリマー、ベントナイト、ケイ酸アルミニウムマグネシウム、ラポナイト、ヘクトライト、無水ケイ酸等の無機系水溶性高分子などがある。また、この中には、ポリビニルアルコールやポリビニルピロリドン等の皮膜形成剤も含まれる。

【0015】界面活性剤としては、アニオン性、カチオ ン性、非イオン性及び両性の活性剤があるが、アニオン 性界面活性剤としては、ステアリン酸ナトリウムやパル ミチン酸トリエタノールアミン等の脂肪酸セッケン、ア ルキルエーテルカルボン酸及びその塩、アミノ酸と脂肪 酸の縮合等のカルボン酸塩、アルキルスルホン酸、アル ケンスルホン酸塩、脂肪酸エステルのスルホン酸塩、脂 肪酸アミドのスルホン酸塩、アルキルスルホン酸塩とそ のホルマリン縮合物のスルホン酸塩、アルキル硫酸エス テル塩、第二級高級アルコール硫酸エステル塩、アルキ ル及びアリルエーテル硫酸エステル塩、脂肪酸エステル の硫酸エステル塩、脂肪酸アルキロールアミドの硫酸エ ステル塩、ロート油等の硫酸エステル塩類、アルキルリ ン酸塩、エーテルリン酸塩、アルキルアリルエーテルリ ン酸塩、アミドリン酸塩、N-アシルアミノ酸系活性剤 等;カチオン性界面活性剤としては、アルキルアミン 塩、ポリアミン及びアミノアルコール脂肪酸誘導体等の アミン塩、アルキル四級アンモニウム塩、芳香族四級ア ンモニウム塩、ピリジウム塩、イミダゾリウム塩等;非 イオン性界面活性剤としては、ソルビタン脂肪酸エステ ル、グリセリン脂肪酸エステル、ポリグリセリン脂肪酸 エステル、プロピレングリコール脂肪酸エステル、ポリ エチレングリコール脂肪酸エステル、ショ糖脂肪酸エス テル、ポリオキシエチレンアルキルエーテル、ポリオキ シプロピレンアルキルエーテル、ポリオキシエチレンア ルキルフェニルエーテル、ポリオキシエチレン脂肪酸エ ステル、ポリオキシエチレンソルビタン脂肪酸エステ ル、ポリオキシエチレンソルビトール脂肪酸エステル、 ポリオキシエチレングリセリン脂肪酸エステル、ポリオ キシエチレンプロピレングリコール脂肪酸エステル、ポ リオキシエチレンヒマシ油、ポリオキシエチレン硬化ヒ マシ油、ポリオキシエチレンフィトスタノールエーテ ル、ポリオキシエチレンフィトステロールエーテル、ポ リオキシエチレンコレスタノールエーテル、ポリオキシ エチレンコレステリルエーテル、ポリオキシアルキレン 変性オルガノポリシロキサン、ポリオキシアルキレン・ アルキル共変性オルガノポリシロキサン、アルカノール アミド、糖エーテル、糖アミド等;両性界面活性剤とし ては、ベタイン、アミノカルボン酸塩、イミダゾリン誘 導体等が挙げられる。

【0016】粉体としては、通常の化粧料に使用されるものであれば、その形状(球状、針状、板状、等)や粒子径(煙霧状、微粒子、顔料級等)、粒子構造(多孔質、無孔質等)を問わず、いずれのものも使用することができ、例えば、無機粉体としては、酸化チタン、酸化

ジルコニウム、酸化亜鉛、酸化セリウム、酸化マグネシ ウム、硫酸バリウム、硫酸カルシウム、硫酸マグネシウ ム、炭酸カルシウム、炭酸マグネシウム、タルク、合成 雲母、マイカ、カオリン、セリサイト、白雲母、合成雲 母、金雲母、紅雲母、黒雲母、リチア雲母、ケイ酸、無 水ケイ酸、ケイ酸アルミニウム、ケイ酸マグネシウム、 ケイ酸アルミニウムマグネシウム、ケイ酸カルシウム、 ケイ酸バリウム、ケイ酸ストロンチウム、タングステン 酸金属塩、ヒドロキシアパタイト、バーミキュライト、 ハイジライト、ベントナイト、モンモリロナイト、ヘク トライト、ゼオライト、セラミックスパウダー、第二リ ン酸カルシウム、アルミナ、水酸化アルミニウム、窒化 ホウ素、窒化ボロン、シリカ等;有機粉体としては、ボ リアミドパウダー、ポリエステルパウダー、ポリエチレ ンパウダー、ポリプロピレンパウダー、ポリスチレンパ ウダー、ポリウレタン、ベンゾグアナミンパウダー、ポ リメチルベンゾグアナミンパウダー、テトラフルオロエ チレンパウダー、ポリメチルメタクリレートパウダー、 セルロース、シルクパウダー、ナイロンパウダー、12 ナイロン、6ナイロン、スチレン・アクリル酸共重合 体、ジビニルベンゼン・スチレン共重合体、ビニル樹 脂、尿素樹脂、フェノール樹脂、フッ素樹脂、ケイ素樹 脂、アクリル樹脂、メラミン樹脂、エポキシ樹脂、ポリ カーボネイト樹脂、微結晶繊維粉体、コメデンプン、ラ ウロイルリジン等; 界面活性剤金属塩粉体(金属石鹸) としては、ステアリン酸亜鉛、ステアリン酸アルミニウ ム、ステアリン酸カルシウム、ステアリン酸マグネシウ ム、ミリスチン酸亜鉛、ミリスチン酸マグネシウム、セ チルリン酸亜鉛、セチルリン酸カルシウム、セチルリン 酸亜鉛ナトリウム等: 有色顔料としては、酸化鉄、水酸 化鉄、チタン酸鉄の無機赤色顔料、ケー酸化鉄等の無機 褐色系顔料、黄酸化鉄、黄土等の無機黄色系顔料、黒酸 化鉄、カーボンブラック等の無機黒色顔料、マンガンバ イオレット、コバルトバイオレット等の無機紫色顔料、 水酸化クロム、酸化クロム、酸化コバルト、チタン酸コ バルト等の無機緑色顔料、紺青、群青等の無機青色系顔 料、タール系色素をレーキ化したもの、天然色素をレー キ化したもの、及びこれらの粉体を複合化した複合粉体 等;パール顔料としては、酸化チタン被覆雲母、酸化チ タン被覆マイカ、オキシ塩化ビスマス、酸化チタン被覆 オキシ塩化ビスマス、酸化チタン被覆タルク、魚鱗箔、 酸化チタン被覆着色雲母等;金属粉末顔料としては、ア ルミニウムパウダー、カッパーパウダー、ステンレスパ ウダー等;タール色素としては、赤色3号、赤色104 号、赤色106号、赤色201号、赤色202号、赤色 204号、赤色205号、赤色220号、赤色226 号、赤色227号、赤色228号、赤色230号、赤色 401号、赤色505号、黄色4号、黄色5号、黄色2 02号、黄色203号、黄色204号、黄色401号、 青色1号、青色2号、青色201号、青色404号、緑 色3号、緑色201号、緑色204号、緑色205号、橙色201号、橙色203号、橙色204号、橙色206号、橙色207号等;天然色素としては、カルミン酸、ラッカイン酸、カルサミン、ブラジリン、クロシン等から選ばれる粉体で、これらの粉体を複合化したり、油剤やシリコーン、又はフッ素化合物で表面処理を行なった粉体でも良く、必要に応じて一種、又は二種以上用いることができる。

【0017】紫外線吸収剤としては、パラアミノ妄息香酸等の安息香酸系紫外線吸収剤、アントラニル酸メチル等のアントラニル酸系紫外線吸収剤、サリチル酸メチル等のサリチル酸系紫外線吸収剤、パラメトキシケイ皮酸オクチル等のケイ皮酸系紫外線吸収剤、2、4ージヒドロキシベンゾフェノン等のベンゾフェノン系紫外線吸収剤、ウロカニン酸エチル等のウロカニン酸系紫外線吸収剤等が挙げられる。

【0018】保湿剤としては、ソルビトール、キシリトール、プロピレングリコール、ジプロピレングリコール、ジプロピレングリコール、1,3ープチレングリコール、グリセリン、ジグリセリン、ポリエチレングリコール、ヒアルロン酸、コンドロイチン硫酸、ピロリドンカルボン酸塩等がある。 【0019】防腐剤としては、パラオキシ安息香酸アル

【0019】的協則としては、ハラオキン女忠各酸アルキルエステル、安息香酸、安息香酸ナトリウム、ソルビン酸、ソルビン酸、ソルビン酸、ソルビン酸、ソルビン酸、パラオキシ安息香酸、サリチル酸、石炭酸、ソルビン酸、パラオキシ安息香酸エステル、パラクロルメタクレゾール、ヘキサクロロフェン、塩化ベンザルコニウム、塩化クロルヘキシジン、トリクロロカルバニリド、感光素、フェノキシエタノール等がある。

【0020】酸化防止剤としては、トコフェロール、ブチルヒドロキシアニソール、ジブチルヒドロキシトルエン等、PH調整剤としては、乳酸、クエン酸、グリコール酸、コハク酸、酒石酸、d1-リンゴ酸、炭酸カリウム、炭酸水素ナトリウム、炭酸水素アンモニウム等、キレート剤としては、アラニン、エデト酸ナトリウム、リン酸等、清涼剤としては、L-メントール、カンフル等、抗炎症剤としては、アラントイン、グリチルレチン酸、トラネキサム酸、アズレン等が挙げられる。

【0021】美肌用成分としては、胎盤抽出液、アルブチン、グルタチオン、ユキノシタ抽出物等の美白剤、ロイヤルゼリー、感光素、コレステロール誘導体、幼牛血液抽出液等の細胞賦活剤、肌荒れ改善剤、ノニル酸ワレニルアミド、ニコチン酸ベンジルエステル、ニコチン酸βーブトキシエチルエステル、カプサイシン、ジンゲロン、カンタリスチンキ、イクタモール、カフェイン、タンニン酸、αーボルネオール、ニコチン酸トコフェロール、イノシトールへキサニコチネート、シクランデレート、シンナリジン、トラゾリン、アセチルコリン、ベラパミル、セファランチン、アーオリザノール等の血行促

進剤、酸化亜鉛、タンニン酸等の皮膚収斂剤、イオウ、 チアントロール等の抗脂漏剤等が挙げられ、ビタミン類 としては、ビタミンA油、レチノール、酢酸レチノー ル、パルミチン酸レチノール等のビタミンA類、リボフ ラビン、酪酸リボフラビン、フラビンアデニンヌクレオ チド等のビタミンB2類、ピリドキシン塩酸塩、ピリド キシンジオクタノエート等のビタミンB6類、Lーアス コルビン酸、L-アスコルビン酸ジパルミチン酸エステ ル、L-アスコルビン酸-2-硫酸ナトリウム、dl- $\alpha$ ートコフェロールーLーアスコルビン酸リン酸ジエス テルジカリウム等のビタミンC類、パントテン酸カルシ ウム、D-パントテニルアルコール、パントテニルエチ ルエーテル、アセチルパントテニルエチルエーテル等の パントテン酸類、エルゴカルシフェロール、コレカルシ フェロール等のビタミンD類、ニコチン酸、ニコチン酸 ベンジル、ニコチン酸アミド等のニコチン酸類、dl- $\alpha$ -トコフェロール、酢酸dl- $\alpha$ -トコフェロール、 ニコチン酸d1-α-トコフェロール、コハク酸d1α-トコフェロール等のビタミンE類、ビタミンP、ビ オチン等がある。

【0022】アミノ酸類としては、アルギニン、アスパラギン酸、シスチン、システイン、メチオニン、セリ

ン、ロイシン、トリプトファン等、核酸としては、デオキシリボ核酸等、ホルモンとしては、エストラジオール、エテニルエストラジオール等が挙げられる。

【0023】本発明の化粧料としては、乳液、クリーム、リップクリーム、ハンドクリーム、洗顔料等のスキンケア化粧料、ファンデーション、メークアップ下地、頬紅、アイシャドウ、マスカラ、アイライナー、アイブロウ、オーバーコート剤、口紅等のメークアップ化粧料、ヘアクリーム、コンディショナー、チックなどの頭髪化粧料など等が挙げられる。剤型は液状、乳液状、固形状、ペースト状、ゲル状等種々の形態を選択することができる。

[0024]

【実施例】以下に、本発明を実施例を挙げて説明するが、本発明は、これらによって何ら限定されるものではない。

【0025】(製造例1)オルガノボリシロキサン複合 粉体A

次の化学式(1)

[0026]

[0028]

【化2】

【化1】

$$\begin{array}{c|cccc} CH_3 & CH_3 & CH_3 \\ & & & | & & | \\ CH_2 = CH - Si - O - & (-Si - O -) & _{180} - Si - CH = CH_2 \\ & & & | & & | \\ CH_3 & & CH_3 & & CH_3 \\ \end{array}$$

【0027】で示される粘度が600cStのメチルビ ニルシロキサン500gと、次の化学式(2)

【0029】で示される粘度が30cStのメチルハイドロジェンポリシロキサン20gを、1リットルのガラスピーカーに仕込み、ホモミキサーを用いて2,000 rpmで攪拌混合した後、ポリオキシエチレン(付加モル数;9モル)オクチルフェニルエーテル1g、水150gを加えて6,000rpmで攪拌、転相してから更に2,000rpm攪拌下、水329gを加え、〇/W型エマルションを得た。この〇/W型エマルションを錨型攪拌翼による攪拌装置の付いたガラスフラスコに移

し、室温で撹拌下、塩化白金酸-オレフィン錯体のトルエン溶液(白金含有量 0.05%)1gと、ポリオキシエチレン(付加モル数;9モル)オクチルフェニルエーテル1gの混合物を添加、12時間反応を行ない、球状微粒子分散液を得た。この分散液中の球状微粒子の平均粒径をコールターカウンター(コールターエレクトロニクス社製)を用いて測定したところ、15μmであった。次に、この球状微粒子分散液580g、水2,290g、及びアンモニア水(濃度28重量%)60gを3

リットルのガラスフラスコに仕込み、10℃、200 r pmの条件で錨型攪拌翼により攪拌を行ない、メチルトリメトキシシラン65 gを20分かけて滴下した。液温5~15℃で4時間攪拌、更に55~60℃で1時間攪拌して得られた液を加圧沪過器を用いて水約30%のケーキ状物とし、更に熱風循環乾燥機中で105℃で乾燥した後、ジェットミルで解砕して複合粉体が得られた。この複合粉体を界面活性剤を用いて水に分散させ、その平均粒径をコールターカウンターで測定したところ、15μmであった。又、この複合粉体は、重量分析により、球状微粒子100重量部に対してポリオルガノシルセスキオキサン樹脂が10重量部複合化されたものであった。

【0030】(製造例2)オルガノポリシロキサン複合 粉体B

前記した製造例1のメチルトリメトキシシラン65gをメチルトリメトキシシラン55gとアーグリシドキシプロピルトリメトキシシラン10gの混合物としたほかは、製造例1と同様にして複合粉体を作成した。この複合粉体を界面活性剤を用いて水に分散させ、その平均粒径をコールターカウンターで測定したところ、15μmであった。又、この複合粉体は、重量分析により、球状微粒子100重量部に対してポリオルガノシルセスキオ

キサン樹脂が11重量部複合化されたものであった。 【0031】(製造例3)オルガノポリシロキサン複合 粉体C

前記した製造例1におけるO/W型エマルション作成時に使用したポリオキシエチレン(付加モル数:9モル)オクチルフェニルエーテルを5gとし、製造例1と同様にして球状微粒子分散液を得たが、この分散液中の粒子の平均粒径はコールターカウンターを用いて測定したところ、3μmであった。この球状微粒子分散液を製造例1と同様にして複合粉体を作成した。この複合粉体を界面活性剤を用いて水に分散させ、その平均粒径をコールターカウンターで測定したところ、3μmであった。又、この複合粉体は、重量分析により、球状微粒子100重量部に対してボリオルガノシルセスキオキサン樹脂が10重量部複合化されたものであった。

【0032】実施例1~2及び比較例1~3 固形状ファンデーション

表1に示す組成の固形状ファンデーションを調製し、その使用感及び使用性について下記の方法に従い、評価を 行なった。

[0033]

【表1】

(%)

	実施例		比較例			
(成分)	1	2 ·	3	4	5	
1. マイカ 2. タルク 3. 対リン 4. ペンカ゚ラ 5. 黄酸化鉄 6. 黒酸化鉄 7. オルカ゚ノポリシロヰサン複合粉体A(製造例1) 8. オルカ゚ノポリシロヰサン複合粉体C(製造例3) 9. ポリメチルシルヒスイキネキサン粉末(注1) 10. オルカ゚ノポリシロヰサン硬化物粉体(注2) 11. 流動パラフィン 12. KSG-18(注3)	15.0 残量 10.0 0.8 2.5 0.2 20.0 — — — — — — 10.0	15.0 残量 10.0 0.8 2.5 0.2 — 20.0 — 10.0	15.0 残量 10.0 0.8 2.5 0.2 — — — — — — 10.0		15.0 残量 10.0 0.8 2.5 0.2 — 20.0 20.0 10.0 5.0	
13. マイクロクリスタリンワックス   14. ミリスチン酸オクチルト・テ・シル   15. 香料	5.0 3.0 <b>適量</b>	5.0 3.0 <b>適量</b>	5.0 3.0 適量		3.0	
<ul><li>評価項目)</li><li>塗布時ののび広がり</li><li>べたつきのなさ</li><li>後肌のさらさら感</li><li>仕上がりの美しさ</li><li>化粧持続性</li></ul>	00000	00000	×	△ × × ×	△ O △ △ ×	

(注1) トスパール145(東芝シリコーン社製)

(注2) トレフィルE505C(東レ・ダーウコーニング・社製)

(注3)架橋型メチルポリシロキサンのメチルフェニルポリシロキサン配合物(信越化学工業社製)

#### 【0034】(製造方法)

A:成分11および成分13~14を加熱して均一溶解する。

B: Aに成分1~10および成分12を添加して、均一 に混合する。

C: Bを80℃に加熱し、成分15を添加して容器に流 し込み、冷却して固形状ファンデーションを得た。

【0035】(評価方法)女性50名の専門パネルにより使用テストを行ない、塗布時ののび広がり、べたつきのなさ、後肌のさらさら感、仕上がりの美しさ(毛穴が目立たない)、化粧持続性(油光りやテカリ、よれ)について以下の基準で評価を行ない、その平均点で判定した。

#### [評価基準]

5点: 非常に良好

4点:良好 3点:普通

2点: やや不良

1点:不良

[判定]

◎: 平均点4.5以上

〇:平均点3.5以上4.5未満

△: 平均点2. 5以上3. 5未満

×: 平均点2.5未満

得られた結果を表1に併せて示す。

【0036】表1の結果から明らかなように、本発明の 異種のオルガノポリシロキサンからなる複合粉体と部分 架橋型オルガノポリシロキサン重合物とを含有する固形 状ファンデーションは、塗布時になめらかで、べた付か ず、後肌のさらさら感に優れ、毛穴が目立たない美しい 仕上がりで、テカリや油光りをおさえ、経時での化粧持 【0037】 ちに優れたものであった。

実施例3 水中油型フェイスクリー	-ム	ij	2	ス	1	ェ	水中油型フ	実施例3
------------------	----	----	---	---	---	---	-------	------

(成分)	(%)
1. ステアリン酸	2.5
2. セタノール	1.5
3. KSG16(注1)	20.0
4. メチルフェニルポリシロキサン	5.0
5. セスキオレイン酸ソルビタン	1. 0
6. モノオレイン酸ポリオキシエチレンソルビタン	2.0
7.オルガノポリシロキサン複合粉体C(製造例3)	1.5
8. トリエタノールアミン	0.8
9.1,3-ブチレングリコール	7.0
10. グリセリン	3.0
11. カルボキシビニルポリマー	0.2
12. 防腐剤	適量
13. 香料	適量
14. 精製水	残量
124 4 1 missing 2 4 14 to 125 m 2 4 14 1 2 missing 1 4 11	4、和本册(后朝)

(注1) 架橋型メチルポリシロキサンのジメチルポリシロキサン配合物(信越化

#### 学工業社製)

#### 【0038】(製造方法)

A:成分1~7を均一に溶解する。

B:成分8~12及び成分14を混合し、均一に溶解する

C:AにBを撹拌しながら添加して、乳化する。

D: Cに成分13を加えて水中油型フェイスクリームを 得た。

以上のようにして得られた本発明品の異種のオルガノポ

実施例4 油中水型下地クリーム

美施例4 油中水型下地グリーム	
(成分)	(%)
1. KSG15 (注2)	15.0
2. ジメチルポリシロキサン(6cs)	10.0
3. オルガノポリシロキサン複合粉体B(製造例2)	3.0
4. デカメチルシクロペンタシロキサン	5.0
5. ジメチルポリシロキサン・ポリオキシアルキレン共重合体	1.0
6. エタノール	10.0
7.1,3-ブチレングリコール	5.0
8. タルク	2.0
9. 防腐剤	適量
10. 香料	適量
11. 精製水	残量

(注2) 架橋型メチルボリシロキサンのデカメチルシクロペンタシロキサン配合物(信越化学工業社製)

#### 【0040】(製造方法)

A:成分1~5を均一に混合する。

B:成分6~7および成分11を混合後、成分9を加えて均一に溶解する。

C: Bに成分8を添加後、撹拌して充分に分散させる。 D: AにCを添加して乳化し、成分10を添加混合して油中水型下地クリームを得た。 以上のようにして得られた本発明品の異種のオルガノボリシロキサンからなる複合粉体と部分架橋型オルガノボリシロキサン重合物とを含有する油中水型化粧下地は、塗布時ののび広がり、なめらかさ、後肌のさらさら感に優れ、そのうえに市販のパウダーファンデーションを塗布すると、ファンデーションののびやつきが良く、化粧膜も油光りやテカリがなく、毛穴も目立たない美しい仕

リシロキサンからなる複合粉体と部分架橋型オルガノボ

リシロキサン重合物とを含有する水中油型フェイスクリ

ームは、塗布時ののび広がりがなめらかで、肌の潤い感

を有しながら、べたつきがなくさっぱりした使用感で、

後肌のさらさら感に優れ、肌を美しく見せる(毛穴が目

立たない) 効果の高いものであった。

[0039]

上がりで、また汗、水に強く、化粧持続性の高いものであった。

[0041]

# 実施例5 スティック状口紅

(成分)	(%)
1. パラフィンワックス	15.0
2. セレシン	5.0
3. ジメチルポリシロキサン	10.0
4. KSG18(注3)	5.0
5. ヒマシ油	残量
6. 赤色201号	1.5
7. 赤色202号	1.5
8. 酸化チタン	1.0
9. 雲母チタン	10.0
10.オルガノポリシロキサン複合粉体C(製造例3)	4.0
11. 香料	適量

(注3) 架橋型メチルポリシロキサンのメチルフェニルポリシロキサン配合物(

信越化学工業社製)

## 【0042】(製造方法)

A:成分1~10を加熱溶解する。

B:Aに成分11を加え、均一に混合する。

C: Bをカプセルに充填し、スティック状口紅を得た。 以上のようにして得られた本発明品の異種のオルガノポリシロキサンからなる複合粉体と部分架橋型オルガノポリシロキサン重合物とを含有するスティック状口紅は、非常になめらかでのびが軽く、おさまりが良くて、油っぽさがなくべた付かず、仕上がりの膜の均一さに優れ、 化粧持続性の高いものであった。

#### [0043]

【発明の効果】本発明品の、異種のオルガノポリシロキサンからなる複合粉体と部分架橋型オルガノポリシロキサン重合物とを含有する化粧料は、なめらかでのび広がりに優れ、さっぱりした使用感とともにさらさら感が持続し、化粧膜が油光りやテカリがなく、毛穴が目立たない美しい仕上がりで、化粧持ち、化粧持続性に優れ、しかも、使用性、経時安定性に優れるものである。

#### 【手続補正書】

【提出日】平成11年4月28日(1999.4.2

8)

【手続補正1】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0033

【補正方法】変更

【補正内容】

[0033]

【表1】

(%)

	実施例		比較		<b>694</b>	
(成分)	1	2	1	2	3	
1. 7ብክ	15.0	15. 0	15. 0	15.0	15.0	
2.5117	残量	残量	残量	残量		
3. カオリン	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0	
4. ベンガラ	0.8	0.8	0.8	0.8	0.8	
5. 黄酸化鉄	2.5	2.5	2.5	2.5	2.5	
6. 黒酸化鉄	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	
7. オルガノポリシロキサン複合粉体ム(製造例1)	20.0	-	-	-	-	
8. オルガノポリシロキサン複合粉体C(製造例3)	-	20.0	-	-	-	
9. * リンチルシルセスキオキサンを分末(注1)	-	-	-	20.0	-	
10. おんご パ リジロキサン硬化物粉体(注2)	-	-	-	-	20.0	
11. 流動か ラフィン	20.0	20.0	20.0	20.0	20.0	
12. KSG-18(注3)	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0	
13. マイクロクリスタリンクフックス	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	
14. ミリスチン酸オクチルト゚テ゚シル	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0	
15. 香料	通是	通量	通量	通量	適量	
(評価項目)						
<b>塗布時ののび広がり</b>	0	0	×	Δ	Δ	
べたつきのなさ	0	0	Δ	Δ	0 4	
後肌のさらさら感	0	0	×	×	Δ	
仕上がりの美しさ	0	0	Δ	×	Δ	
化粧持続性	0	0	×	×	×	

(注1)トスパール145(東芝沙ワーン社製)

(注2) トレフィルE505C(東レ・ダウコーニング社製)

(注3)架構型がは、りいけいのがいたには、りいけい配合物(信越化学工業社製)

# フロントページの続き

Fターム(参考) 4C083 AA122 AB232 AB242 AB432

AB442 AC012 AC022 AC072

AC102 AC122 AC242 AC342

AC442 AC542 AC792 AC911

ADO42 AD092 AD152 AD161

AD162 AD172 BB43 CC01

CC03 CC05 CC11 CC12 CC13

DD11 DD21 DD33 EE01 EE06

# This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning Operations and is not part of the Official Record

# **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not-limited to the items checked:

| BLACK BORDERS
| IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
| FADED TEXT OR DRAWING
| BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
| SKEWED/SLANTED IMAGES
| COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
| GRAY SCALE DOCUMENTS
| LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
| REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY

# IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

OTHER:

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.